

高等学校教材

基础化学实验 2

物质制备与分离

王书香 翟永清 主编



化学工业出版社

高等学校教材

基础化学实验 2

物质制备与分离

王书香 翟永清 主编
徐建中 段慧云 副主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书是基础化学实验系列教材中的一个分册。内容包括无机化合物的制备；金属有机化合物的制备；有机化合物的常量合成；有机化合物的小量、半微量及微量合成；绿色有机合成；多步连续合成；天然有机化合物的提取、生物转化与手性拆分等内容。

本书注意渗透化学实验绿色化的理念，把常量、小量实验逐步扩展到半微量、微量实验，使学生在掌握扎实常量操作技能的基础上，选做部分半微量和微量实验，循序渐进，逐步提高。同时还引进了超声波、微波促进的化学反应以及光反应、电化学、离子液体、超临界、生物转化、无溶剂反应等新合成技术，以便使学生了解化学科学与实验技术的发展。有些实验将合成、分离、纯化、物性的测定和波谱鉴定等环节联成一体，以增加实验内容的研究性和探索性，从而培养学生实践能力和综合能力。

本书可作为综合性大学化学、应用化学、高分子、材料、生物、环境、医学和药学等专业学生的教材，也可供从事化合物合成研究的科研和技术人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

基础化学实验 2 物质制备与分离/王书香, 翟永清
主编. —北京: 化学工业出版社, 2009. 4
高等学校教材
ISBN 978-7-122-02350-6

I. 基… II. ①王…②翟… III. 化学实验-高等学校-教材 IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 024413 号

责任编辑: 刘俊之

文字编辑: 刘志茹

责任校对: 战河红

装帧设计: 杨 北

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印 装: 化学工业出版社印刷厂

787mm×1092mm 1/16 印张 12¼ 字数 315 千字 2009 年 4 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686)

售后服务: 010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 25.00 元

版权所有 违者必究

前言

根据教育部《关于进一步深化本科教学改革、全面提高教学质量的若干意见》、《高等学校本科教学质量与教学改革工程》、《普通高等学校本科化学专业规范》等相关要求,在知识传授、能力培养、素质提高、协调发展的教育理念和以培养学生创新能力为核心的实验教学观念指导下,在研究化学实验教学与认知规律的基础上,将实验内容整合为基础型实验、综合型实验和研究创新型实验三大模块,形成“基础—综合—研究创新”交叉递进式三阶段实验教学新体系。学生在接受系统的实验基本知识、基本技术、基本操作训练的基础上,进行一些综合性、设计性实验训练,而后通过创新实验进入毕业论文与设计环节,完成实验教学与科研的对接。

《基础化学实验》系列教材是在上述实验教学体系框架下,以强化基础训练为核心,以培养学生良好的科学实验规范为主要教学目标,以化学实验原理、方法、手段、操作技能和仪器使用为主要内容,逐步培养学生文献查阅、科研选题、实验组织、实验实施、实验探索、结果分析与讨论、科研论文的撰写能力,培养学生创新能力,为综合化学实验和研究创新实验打下良好的基础。在实验教学内容上增加现代知识、现代技术容量,充分融合化学实验新设备、新方法、新技术、新手段,将最新科研成果转化为优质实验教学资源,从宏观上本着宽领域、渐进式、交互式、创新式、开放式来编排,将原隶属于《无机化学实验》、《有机化学实验》、《物理化学实验》、《分析化学实验》、《仪器分析实验》和《化工基础实验》的相关内容按照新的实验教学体系框架综合整编为《基础化学实验1 基础知识与技能》、《基础化学实验2 物质制备与分离》、《基础化学实验3 分析检测与表征》、《基础化学实验4 物性参数与测定》、《基础化学实验5 综合设计与探索》五个分册,力争实现基础性和先进性的有机结合,教学、科研和应用的结合。

本系列教材可作为高等学校化学、化工、应用化学、材料化学、高分子材料与工程、药学、医学、生命科学、环境科学、环境工程、农林、师范院校等相关专业本科生基础化学实验教材,也可作为有关人员的参考用书。在使用时各校可结合具体的教学计划、教学时数、实验室条件等加以取舍,也可根据实际需要增减内容或提高要求。

“物质制备与分离”是《基础化学实验》系列教材中的第2分册,共包括7章。第1章为无机化合物的制备,第2章为金属有机化合物的制备,第3章为有机化合物的常量合成,第4章为有机化合物的小量、半微量及微量合成,第5章为绿色有机合成,第6章为多步连续合成,第7章为天然有机化合物的提取、生物转化与手性拆分。在加强合成实验训练、强化分离和纯化操作的指导思想下,根据无毒化、绿色化和实用化选编了121个实验。从环保的角度出发,注意渗透化学实验绿色化的理念,把常量、小量实验扩展到半微量、微量实验,以训练有机化学实验的基本操作技能和素质能力的培养,使学生在掌握扎实常量操作技能的基础上,选做部分半微量、微量实验,循序渐进,逐步提高,以培养学生科研工作的能力。引进了超声波、微波促进的化学反应,以及光反应、电化学、离子液体、超临界、生物

转化、无溶剂反应等新合成技术，以便使学生了解化学科学与实验技术的发展。有些实验将反应、合成、分离、纯化、物性的测定和波谱鉴定等环节联成一体，以增加实验内容的研究性和探索性，从而培养学生的实践能力和综合能力。

书末所列参考文献对本书的编写给予了启示和支持，编者借鉴了其中许多有益的内容。本系列教材编委会主要成员对该书进行了审阅并提出了许多建设性意见，化学工业出版社给予了大力支持，在此一并致谢！

由于编者水平有限，书中不足之处在所难免，恳请同行与读者批评指正。

编者

2009 年 1 月于河北大学

目 录

第 1 章 无机化合物的制备	1
实验 1 硫酸亚铁铵的制备	1
实验 2 由废铜屑制备硫酸铜	2
实验 3 碱法制备硫酸铝	3
实验 4 钛酸四丁酯水解法制备 TiO_2	5
实验 5 均匀沉淀法合成纳米氧化锌	5
实验 6 β -磷酸三钙骨修复材料的制备	6
实验 7 液相反应法制备磁性四氧化三铁粉末	7
实验 8 溶胶-凝胶法制备多孔 SiO_2	8
实验 9 溶胶-凝胶法合成纳米二氧化铈	9
实验 10 碳酸铝铵热分解制备纳米氧化铝	9
实验 11 复分解法制备硝酸钾	10
实验 12 氧化还原溶胶-凝胶法制备 LiCoO_2	12
实验 13 氯化亚铜的制备	13
实验 14 低温固相合成磷酸锌	14
实验 15 水热法制备纳米 SnO_2	15
实验 16 水热法制备纳米氧化铁材料	16
实验 17 电化学法合成碘酸钾	17
实验 18 高温合成法制备无水三氯化铬	19
实验 19 高温陶瓷材料——钛酸铝的制备	20
实验 20 微波辐射法制备 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	21
实验 21 微波辐射法合成磷酸锌	22
实验 22 微波辐射法制备磷酸钴纳米粒子	23
实验 23 微波合成非晶形 ZrO_2	24
实验 24 醋酸亚铬的制备	25
实验 25 超声波辐射法制备超细 SnO_2	27
实验 26 钨磷酸的制备	27
实验 27 12-钨硅酸的制备、结构及性质	28
实验 28 红色稀土发光材料 $\text{Y}_2\text{O}_3 : \text{Eu}$ 的制备	30
实验 29 镁铝水滑石的合成及产物中铝含量的测定	32
实验 30 室温固相反应法合成硫化镉半导体材料	33
实验 31 固体超强酸的制备及表征	34

实验 32	由废铝箔制备聚碱式氯化铝	36
实验 33	二氯化六氨合镍 (II) 的制备、组成分析及物性测定	37
实验 34	硫酸四氨合铜 (II) 的制备、组成分析及物性测定	39
实验 35	三氯化六氨合钴 (III) 的制备和组成测定	42
实验 36	碱式硫酸镁晶须的合成	44
实验 37	磁阻材料 $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ 的制备与表征	45
实验 38	由钛白粉生产中的副产物硫酸亚铁制备氧化铁颜料	46
第 2 章	金属有机化合物的制备	49
实验 39	二茂铁的制备	49
实验 40	苯基溴化镁和三苯甲醇的制备	50
实验 41	正丁基锂的制备与含量测定	53
实验 42	二甲基铜锂的制备	54
实验 43	二乙基铜锂的制备	55
第 3 章	有机化合物的常量合成	57
实验 44	正溴丁烷的制备	57
实验 45	1,2-二溴乙烷的制备	59
实验 46	十二烷基硫酸钠的制备	61
实验 47	正丁醚的制备	62
实验 48	β -萘乙醚的制备	64
实验 49	环己烯的制备、检验与表征	65
实验 50	3-溴环己烯的制备	67
实验 51	环戊酮的制备	68
实验 52	维生素 K_3 的制备	69
实验 53	溴苯的制备	70
实验 54	硝基苯的制备	72
实验 55	对二叔丁基苯的制备	74
实验 56	苯乙酮的制备	76
实验 57	2-乙基-2-己烯醛的制备	77
实验 58	邻硝基苯酚和对硝基苯酚的制备	78
实验 59	苯胺的制备	81
实验 60	间硝基苯胺的制备	84
实验 61	对硝基苯甲酸的制备	85
实验 62	扁桃酸的制备	86
实验 63	三甲基乙酸的制备	88
实验 64	邻氨基苯甲酸的制备	89
实验 65	苯甲酸乙酯的制备	91
实验 66	乙酰乙酸乙酯的制备与性质	94
实验 67	对氯甲苯、邻氯甲苯的制备	97
实验 68	间硝基苯酚的制备	99
实验 69	氢化肉桂酸的制备	101
实验 70	邻羟基苯乙酸的制备	102
实验 71	ϵ -己内酰胺的制备	103

实验 72	喹啉的制备	105
第 4 章	有机化合物的小量、半微量及微量合成	107
实验 73	三苯基氯甲烷的制备与三苯甲基自由基、正离子和负离子的检验	107
实验 74	环己酮的制备	108
实验 75	对氨基苯甲酸乙酯的制备	111
实验 76	4-对甲苯基-4-氧代丁酸的制备	113
实验 77	间二硝基苯的制备	114
实验 78	偶氮苯的制备	115
实验 79	甲基橙的制备	116
实验 80	苯妥英的制备	118
实验 81	对氨基苯酚的制备	119
实验 82	二苯酮与二苯酮腈的制备	120
实验 83	二苯甲醇的制备	121
实验 84	内型-降冰片烯-顺-5,6-二羧酸的制备	123
实验 85	蒽与顺丁烯二酸酐的加成	124
第 5 章	绿色有机合成	126
实验 86	偶氮苯的光化异构化	126
实验 87	苯频哪醇和苯频哪酮的制备	127
实验 88	3-羟基-2,6-二甲基-5-庚烯的制备	129
实验 89	苯甲醇和苯甲酸的制备	130
实验 90	苯亚甲基苯乙酮的制备	131
实验 91	尼群地平的合成	132
实验 92	3-氯-4-氟硝基苯的制备	134
实验 93	电化学合成碘仿	135
实验 94	β, β' -联苯酚的制备	136
实验 95	苯甲酸的制备	137
实验 96	对甲基查尔酮的制备	138
实验 97	己二酸的制备	138
实验 98	离子液体中合成肉桂酸	140
第 6 章	多步连续合成	143
实验 99	18-冠-6 的制备	143
实验 100	对硝基苯胺的制备	144
实验 101	对氨基苯磺酰胺的制备	147
实验 102	2-硝基-1,3-苯二酚的制备	148
实验 103	2,4-二氯苯氧乙酸的制备	150
实验 104	对氨基苯甲酸的制备	152
实验 105	盐酸苯海索的制备	153
实验 106	阿司匹林和阿司匹林铝的制备	155
实验 107	扑炎痛的制备与表征	157
实验 108	4-苯基-2-丁酮和亚硫酸氢钠加成物的制备	159
实验 109	香豆素-3-羧酸的制备	161
实验 110	(E)-1,2-二苯乙烯的制备	162

实验 111	2-乙酰基环己酮的制备	164
实验 112	Paal-Knorr 反应合成取代吡咯及其衍生物	165
实验 113	酞菁铁(Ⅱ)的制备及表征	167
第 7 章	天然有机化合物的提取、生物转化与手性拆分	170
实验 114	从茶叶中提取咖啡因	170
实验 115	黄连素的提取及其紫外光谱分析	173
实验 116	从肉桂皮中提取肉桂油及其主要成分的鉴定	175
实验 117	乙醇的生物合成	176
实验 118	苦杏仁酸的拆分	177
实验 119	酶法拆分制备 D-苯丙氨酸	179
实验 120	面包酵母还原苯乙酮合成 S-1-苯基乙醇	181
实验 121	2,2'-二羟基-1,1'-联萘酚的拆分	182
参考文献		185

第1章 无机化合物的制备

实验1 硫酸亚铁铵的制备

【实验目的】

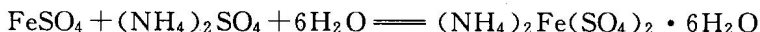
了解复盐的一般特性以及硫酸亚铁铵的制备方法；掌握水浴加热、蒸发、结晶、减压过滤等基本操作。

【实验原理】

硫酸亚铁铵 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 又称摩尔盐，为浅绿色晶体。它在空气中不易被氧化，比硫酸亚铁稳定得多，而且价格低廉，制造工艺简单，应用广泛。工业上常用作废水处理的混凝剂，农业上常用作农药及肥料，在定量分析上常用作氧化还原滴定的基准物质。它能溶于水，但难溶于乙醇，在 $0\sim 60^\circ\text{C}$ 的范围内，硫酸亚铁铵在水中的溶解度比组成它的每一个组分的溶解度都小，因而有利于它的结晶分离。本实验采用铁屑与稀硫酸作用，制得硫酸亚铁溶液：



然后硫酸亚铁溶液与硫酸铵溶液作用，生成溶解度较小的硫酸亚铁铵晶体。



【仪器与试剂】

锥形瓶 (150mL)，烧杯 (150mL、400mL)，量筒 (10mL、50mL)，蒸发皿，表面皿，水浴锅，台秤，漏斗，布氏漏斗，吸滤瓶，真空泵。

HCl ($2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)， H_2SO_4 ($3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)， NaOH ($1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)， Na_2CO_3 ($1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)，固体 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ，铁屑，乙醇 (95%)。

【实验操作】

1. 硫酸亚铁铵的制备

(1) 铁屑的净化 称取 2g 铁屑，放入 150mL 烧杯中，加入 20mL $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Na}_2\text{CO}_3$ 溶液，小火加热约 10min，以除去铁屑表面油污。用倾析法除去碱液，再用水将铁屑洗净。

(2) 硫酸亚铁的制备 在盛有洗净铁屑的烧杯中，加入 15mL $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液，盖上表面皿，放在水浴上加热（大约需要 0.5h，温度控制在 $70\sim 80^\circ\text{C}$ ），使铁屑与稀硫酸发生反应（在通风橱中进行）。在反应过程中要适当地添加去离子水，以补充蒸发掉的水分。当反应进行到不再产生气泡时，表示反应基本完成。趁热过滤，滤液转入蒸发皿中。将烧杯和滤纸上的残渣洗净，收集在一起，用滤纸吸干后称其质量（如残渣量极少，可不收集），计算已作用的铁屑的质量。

(3) 硫酸铵饱和溶液的配制 根据已作用的铁的质量和反应式中的化学计量关系，计算

出所需 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的质量和室温下配制硫酸铵饱和溶液所需要的水的体积（几种盐的溶解度见表 1.1）。根据计算结果，在烧杯中配制 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的饱和溶液。

表 1.1 几种盐的溶解度/(g/100g 水)

化 合 物	0℃	10℃	20℃	30℃	40℃	50℃	70℃
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	70.6	73.0	75.4	78.0	81.0	84.5	89.6
$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	15.65	20.51	26.5	32.9	40.2	48.6	56.0
$\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	12.5	17.2	21.6	28.1	33.0	40.0	52.0

(4) 硫酸亚铁铵的制备 将 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 饱和溶液倒入盛 FeSO_4 溶液的蒸发皿中，混匀后用 pH 试纸检验 pH 值是否为 1~2，若酸度不够，用 $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 H_2SO_4 溶液调节。

在水浴上蒸发混合溶液，浓缩至表面出现一层晶膜为止（注意蒸发过程不宜搅动）。静置，让溶液自然冷却，冷至室温时，便析出硫酸亚铁铵晶体。抽滤至干，再用 5mL 乙醇（95%）淋洗晶体，以除去晶体表面上附着的水分。继续抽干，取出晶体，在表面皿上晾干。称其质量，并计算产率。

2. 数据记录和处理（见表 1.2）

表 1.2 数据记录和结果

已作用的 铁的质量/g	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 饱和溶液		$\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$		
	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 质量/g	H_2O 的体积/mL	理论产量/g	实际产量/g	产率/%

【思考题】

1. 为什么硫酸亚铁溶液和硫酸亚铁铵溶液都要保持较强的酸性？
2. 制备硫酸亚铁铵时，为什么采用水浴加热？
3. 硫酸亚铁铵制备的蒸发浓缩过程为什么不宜搅动？

实验 2 由废铜屑制备硫酸铜

【实验目的】

练习托盘天平的使用，熟练掌握蒸发浓缩、减压过滤、重结晶等基本操作；了解由金属制备它的某些盐的方法，学习重结晶提纯物质的原理。

【实验原理】

铜属不活泼金属，不能溶于非氧化性的酸中，但其氧化物在酸中却能溶解，因此在工业上制备胆矾（硫酸铜）时，先把铜烧成氧化铜。然后与适当浓度的硫酸反应而生成硫酸铜。本实验采用浓硝酸作氧化剂，以废铜屑与硫酸、浓硝酸反应来制备硫酸铜，反应式为：



产物中除硫酸铜外，还含有一定量的硝酸铜和一些可溶性或不溶性的杂质，不溶性杂质可通过过滤除去，而硝酸铜则利用它和硫酸铜在水中溶解度的不同，通过结晶的方法将其除去（留在母液中）。

由表 1.3 中的数据可知，硝酸铜在水中的溶解度不论在高温或低温下都比硫酸铜大得多，在本实验所得的产物中它的量又小，因此，当热的溶液冷却到一定温度时硫酸铜首先达

到过饱和，而硝酸铜却远远没有达到饱和，随着温度的继续下降，硫酸铜不断从溶液中析出，硝酸铜则绝大部分留在溶液中，仅有小部分作为杂质伴随硫酸铜析出，可以和其他一些可溶性杂质一起，通过重结晶的方法除去，最后达到制得纯硫酸铜的目的。

表 1.3 硫酸铜和硝酸铜在水中的溶解度/(g/100g 水)

化合物	0℃	20℃	40℃	60℃	80℃
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	23.3	32.3	46.2	61.1	83.8
$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	81.8	125.1			
$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$			约 160	约 178.5	约 208

【仪器与试剂】

蒸发皿（100mL），表面皿，烧杯（100mL），布氏漏斗，吸滤瓶，量筒（100mL、10mL），托盘天平，酒精喷灯，电加热套，水浴锅，真空泵。

H_2SO_4 (3mol · L⁻¹)，浓 HNO_3 ，废铜屑。

【实验操作】

（1）称取 2.5g 剪细的铜屑，将它置于干燥的蒸发皿中，用酒精喷灯强热灼热，至不再产生白烟为止（目的在于除去附着在铜屑上的油污），放冷。

（2）往上述盛有铜屑的蒸发皿中加入 8mL 3mol · L⁻¹ H_2SO_4 ，然后缓慢地分次加入 3.5mL 浓硝酸（因反应过程产生大量有毒的二氧化氮气体，操作应在通风橱中进行），待反应缓和后，盖上表面皿，放在水浴上加热，加热过程需要补加 4mL 3mol · L⁻¹ H_2SO_4 和 1mL 浓 HNO_3 （由于反应情况不同，补加的酸量要根据具体反应情况而定，在保持反应继续顺利进行的情况下，尽量少加硝酸）。待铜屑近于全部溶解，趁热用倾析法将溶液转入一个小烧杯（或直接转入另一瓷蒸发皿中），如果仍有一些不溶性残渣，可用少量 3mol · L⁻¹ H_2SO_4 洗涤后弃去，洗涤液合并于小烧杯中，随后再将硫酸铜溶液转入洗净的蒸发皿中，在水浴上加热浓缩至表面有晶膜出现为止。取下蒸发皿，置于冷水上冷却，即有蓝色粗的五水硫酸铜晶体析出，冷却至室温抽滤，称重，计算产率。

（3）将粗产品以每克加 1.2mL 水的比例，溶于蒸馏水中加热，使其完全溶解并趁热过滤，滤液收集在一个小烧杯中，让其慢慢冷却，即有晶体析出（如无晶体析出，可在水溶液上再加热蒸发，稍微浓缩），冷却后，用抽滤法除去母液，晶体干燥后，再放在二层滤纸间进一步挤压吸干，然后将产品放在表面皿上称重，计算收率，母液回收。

【思考题】

1. 在托盘天平上称量时必须注意哪几点？什么叫零点和停点？
2. 什么情况下可使用倾析法？什么情况下使用常压过滤或者减压过滤？
3. 在减压过滤操作中，如果①未开自来水开关之前把沉淀转入布氏漏斗内；②结束时先关上自来水开关，各会产生何种影响？
4. 蒸发浓缩 CuSO_4 的水溶液时，为什么要水浴加热？

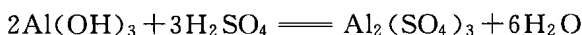
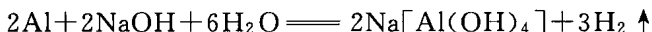
实验 3 碱法制备硫酸铝

【实验目的】

了解碱法制备硫酸铝的基本原理，加深对氢氧化铝两性的认识；进一步掌握水浴加热、蒸发、结晶、减压过滤等基本操作。

【实验原理】

本实验是利用金属铝可以溶解于 NaOH 溶液的特点，先制备铝酸钠，再用 NH_4HCO_3 调节溶液的 pH 值至 8~9，将其转化为 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 。 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 溶于 H_2SO_4 生成 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ，在低温下结晶，即得硫酸铝晶体 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ ，主要反应如下：



$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 为白色六角形鳞片或针状结晶，易溶于水，极难溶于酒精，在空气中易潮解。加热至赤热即分解成为 SO_3 和 Al_2O_3 。

【仪器与试剂】

托盘天平，烧杯（250mL、150mL），量筒（100mL、10mL），吸滤瓶，布氏漏斗，蒸发皿（75mL）。

NaOH（固体），铝片， NH_4HCO_3 （饱和）， H_2SO_4 （ $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ），无水酒精。

【实验操作】

1. 制备铝酸钠

迅速称取 0.75g NaOH 固体倒入 150mL 烧杯中，加入 15mL 蒸馏水，搅拌使溶解。加入 0.25g 铝片（分几次加入。注意：反应剧烈，防止溅入眼内）。反应完毕后，加入水约 13mL，用布氏漏斗抽滤。

2. $\text{Al}(\text{OH})_3$ 的生成和洗涤

将上述铝酸钠溶液转入 250mL 烧杯中，加热至沸，并保持沸腾，在不断搅拌下以细流状缓慢加入 20mL 饱和 NH_4HCO_3 溶液，加毕，将沉淀煮沸数分钟并不断搅拌（注意：加热过程中要不停地搅拌，停止加热后还要搅拌数分钟，以防止迸溅！），静置澄清，用 pH 试纸检验清液，pH 值为 8~9 时证明沉淀已经完全（如果 $\text{pH} > 9$ ，则再加入少量 NH_4HCO_3 ），然后倾出清液。

往 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 沉淀中加入 30~40mL 热蒸馏水，煮沸并充分搅拌洗涤，抽滤（注意：不必抽干就停止抽滤，再加水洗，再抽滤），洗至溶液 $\text{pH} = 7 \sim 8$ 为止（洗 4~5 次），最后抽干。

3. 制备硫酸铝

将制得的 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 沉淀转入 75mL 蒸发皿中，加入 5mL $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ H_2SO_4 溶液（ H_2SO_4 不要过量），搅拌，得到浑浊溶液。将浑浊溶液在水浴上加热并加以搅拌，使 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 完全溶解。继续水浴加热浓缩至约为原来浑浊溶液体积的 1/2（不要过分浓缩，稀些结晶较好，工业上浓缩至相对密度约 1.38），然后缓慢冷却结晶 [结晶析出慢时，可加 3mL 无水酒精以减小 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 的溶解度]。待结晶后，用布氏漏斗抽滤（尽量抽干）迅速称重，计算产率。（注意：产品回收作为其他实验试剂）

【思考题】

1. 本实验中，铝中的杂质铁是如何除去的？
2. 将铝酸钠转化为氢氧化铝时，所加的碳酸氢铵起什么作用？
3. 氢氧化铝的生成和洗涤中，为什么要加热煮沸并充分搅拌？
4. 浓缩硫酸铝溶液进行结晶时，为什么不要过分浓缩？

实验4 钛酸四丁酯水解法制备 TiO_2 ^[1,2]

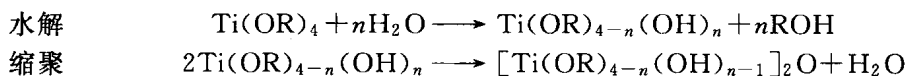
【实验目的】

了解钛酸四丁酯水解法制备 TiO_2 的基本原理和实验方法；掌握真空干燥箱、马弗炉等加热设备的使用方法。

【实验原理】

近年来，为适应电子材料、生物工程材料、复合材料的要求，纳米材料得到了很快的发展。纳米二氧化钛与普通二氧化钛相比，具有独特的性能，它具有较强的吸收紫外线的能力，具有高的光催化活性，因而可用于化妆品、油漆分散剂、工业废水处理剂中等。制备纳米二氧化钛的方法很多，目前常见的是液相法和气相法。本实验采用的是醇盐水解法。

以钛醇盐为原料，通过水解和缩聚反应制得溶胶，再进一步缩聚得到凝胶，凝胶经干燥和煅烧处理即可得纳米 TiO_2 。其化学反应式为：



【仪器与试剂】

烧杯，量筒，滴管，真空干燥器，马弗炉。

浓盐酸（37%），钛酸四丁酯，无水乙醇。

【实验操作】

将 5mL 盐酸（37%）和 63mL 去离子水加入 50mL 无水乙醇中，混合均匀得 B 溶液；将 21mL 钛酸四丁酯与 140mL 无水乙醇混合均匀得 A 溶液。将 B 溶液滴加到 A 溶液中，搅拌均匀，水解后陈化得湿凝胶。将湿凝胶经 80℃ 真空干燥，煅烧，得到纳米二氧化钛。

不同的煅烧温度，可得到不同晶型的二氧化钛。产品在 500℃ 下煅烧，产物为纯锐钛矿型；在 800℃ 下煅烧为纯金红石型。

【思考题】

1. 反应温度对产物的粒径有何影响？
2. 加水量、醇、盐酸的比对水解过程、产物的收率、粒径等有何影响？

实验5 均匀沉淀法合成纳米氧化锌 ^[3,4]

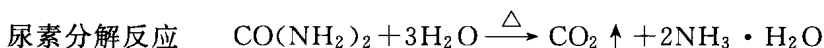
【实验目的】

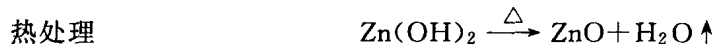
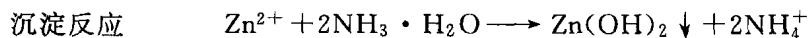
了解均匀沉淀法制备纳米粉体的原理；掌握沉淀洗涤、转移的基本操作，练习使用恒温磁力搅拌器、马弗炉等仪器；掌握产率的计算方法。

【实验原理】

均匀沉淀合成法是在溶液中加入某种试剂，在适宜的条件下于溶液中均匀地生成沉淀剂，从而使沉淀在整个溶液中均匀析出。这种方法可以避免沉淀剂局部过浓的不均匀现象，使过饱和度控制在适当的范围内，从而控制沉淀粒子的生长速度，能获得粒度均匀、纯度高的超细粒子。

以硫酸锌为原料，尿素为沉淀剂，制备纳米氧化锌的反应方程式如下：





【仪器与试剂】

烧杯 (250mL), 恒温磁力搅拌器, 马弗炉, 滤纸, 漏斗, 托盘天平等。

硫酸锌 (分析纯), 尿素 (分析纯), 二次蒸馏水。

【实验操作】

称取 8g 硫酸锌 (m_1) 和 27g 尿素倒入烧杯, 加入 150mL 的蒸馏水溶解, 将烧杯置于恒温磁力搅拌器上, 于不断搅拌下逐渐升温, 随着尿素的慢慢分解, 溶液出现浑浊, 直到出现大量白色沉淀。升温至 85℃ 保持恒温搅拌 4h 后停止反应, 冷却至室温。

将混合物过滤, 用蒸馏水洗涤沉淀两次, 用滤纸吸干沉淀表面水分, 置于烘箱中烘干水分, 称量沉淀质量 (m_2), 将沉淀放入马弗炉中于 500℃ 灼烧 2.5h 得纳米氧化锌粉末, 取出称量 (m_3)。

数据记录和处理见表 1.4。

表 1.4 数据记录和结果

m_1	m_2	m_3	产品理论质量	产 率

根据以下公式计算产率:

$$\text{产率} = \frac{\text{产品的实际质量}}{\text{产品的理论质量}} \times 100\%$$

【思考题】

1. 该实验采用 500℃ 灼烧 2.5h 的加热条件, 原因是什么?
2. 是否将沉淀在马弗炉中灼烧的时间越长越好?

实验 6 β -磷酸三钙骨修复材料的制备^[5,6]

【实验目的】

了解磷酸三钙的用途、制备原理及方法; 学会使用高温炉。

【实验原理】

β -磷酸三钙 (β -TCP) 的化学式为 $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, 它是磷酸三钙的低温相 (β 相), 为三方晶系, 空间群为 R_3C , 钙磷原子比为 1.5, 在 1200℃ 转变为高温相 (α 相), 在水溶液中的溶解度是羟基磷灰石的 10~15 倍。

β -磷酸三钙 (β -TCP) 是生物降解或生物吸收型活性陶瓷材料之一, 当它被植入人体后, 降解下来的钙、磷能进入活体循环系统形成新生骨, 因此它可以作为人体硬组织如牙齿和骨的理想替代材料, 具有良好的可生物降解性、生物相容性和生物无毒性。目前研究和应用比较广泛的生物降解陶瓷是 β -TCP 和其他磷酸钙的混合物。通过不同的工艺来改变材料的理化性能, 如空隙结构、机械强度、生物吸收率等, 可以满足不同的临床应用要求。

本实验采用一种简单易行的合成方法, 即利用 $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 和 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 的反应, 同时以氨水调节 pH 值, 然后高温热处理得到 β -磷酸三钙。此法具有工艺简单、产率高以及易于工业化的特点。

【仪器与试剂】

烧杯，马弗炉，布氏漏斗，量筒等。

0.67mol·L⁻¹的(NH₄)₂HPO₄与1.0mol·L⁻¹的Ca(NO₃)₂(体积比1:1)，氨水。

【实验操作】

按反应体系中Ca:P=1.5:1(摩尔比)配制Ca(NO₃)₂溶液和(NH₄)₂HPO₄溶液，用氨水调节pH值为11.0，将40mL的0.67mol·L⁻¹的(NH₄)₂HPO₄溶液以一定速度滴加到强烈搅拌状态下的40mL的1.0mol·L⁻¹的Ca(NO₃)₂溶液中，滴加过程中用氨水保持体系pH值。在一定温度下反应并陈化一段时间后，经过滤、洗涤5次，将沉淀置于烘箱中于80℃烘干24h，然后在900℃下焙烧2h。将所得产物称重，计算产率，用研钵研细即得β-磷酸三钙。

【思考题】

1. 如何证实产物为β-磷酸三钙?
2. β-磷酸三钙的用途和其他合成方法还有哪些?

实验7 液相反应法制备磁性四氧化三铁粉末^[7]

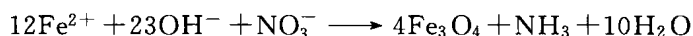
【实验目的】

了解四氧化三铁的性质和用途；掌握利用二价铁盐制备四氧化三铁的方法和原理。

【实验原理】

四氧化三铁是具有磁性的黑色晶体，密度5.18g·cm⁻³，熔点1867.5K(1594.5℃)，可用作颜料和抛光剂。磁性氧化铁用于制录音磁带和电讯器材，因它具有磁性又名磁性氧化铁。难溶于水，溶于酸(Fe₃O₄+8H⁺→Fe²⁺+2Fe³⁺+4H₂O)，不溶于碱，也不溶于乙醇、乙醚等有机溶剂。但是天然的Fe₃O₄不溶于酸。四氧化三铁可视为FeO·Fe₂O₃，经X射线衍射研究认为它是铁(Ⅲ)酸的盐。

本实验以二价铁盐、硝酸盐和强碱可以制备四氧化三铁粉末，主要发生以下反应：



【仪器与试剂】

烧杯，量筒，滴管，温度计，中孔熔砂玻璃过滤器，干燥箱，电子天平，磁石等。

七水硫酸亚铁固体(分析纯)，硝酸钠或硝酸钾固体(分析纯)，盐酸(分析纯，6mol·L⁻¹)、氯化钡溶液(0.2mol·L⁻¹)。

【实验操作】

将6.95g硫酸亚铁溶解于200mL去离子水中，将0.21g硝酸钾和3.19g氢氧化钾溶解在100mL水中。每种溶液加热到75℃左右，在强烈搅拌下将上述两溶液混合，形成绿色的黏稠凝胶沉淀。在90~100℃搅拌10min以后，沉淀转变为较细的稠密的黑色物质。将混合物冷却至室温，并加入少量6mol·L⁻¹盐酸使其显弱酸性，pH值为4左右。将四氧化三铁沉淀在中孔熔砂玻璃过滤器上进行过滤，用去离子水洗涤，直到洗涤水经氯化钡溶液检验无硫酸根时止。产物在110℃下干燥1~2h，称量，计算产率，四氧化三铁的产量在1.8g左右。

经干燥后的产品粉末可以用磁石检验其磁性。

【思考题】

1. 为何不使用普通的布氏漏斗进行过滤分离产品，而采用熔砂玻璃过滤器?
2. 制备过程中为何要用盐酸调节pH值至为酸性?

实验 8 溶胶-凝胶法制备多孔 SiO₂^[8~12]

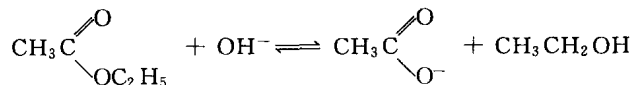
【实验目的】

了解多孔 SiO₂ 的性质和用途；掌握溶胶-凝胶法制备多孔 SiO₂ 的原理和方法。

【实验原理】

多孔 SiO₂ 超细粉体是一种轻质纳米非晶固体材料，因具有比表面积大、密度小和分散性能好等特性，而被用作催化剂载体、高效绝热材料、气体过滤材料和高档填料等。在二氧化硅超细粉的制备方法中，以四氯化硅为原料的气相火焰水解法和以硅醇盐为原料的溶胶-凝胶法制得的粉体纯度高，性能优越，但均存在制备成本高的缺陷，使其工业应用受到限制。以可溶性硅酸盐为原料的溶胶-凝胶法具有制备成本低的特点，是一种较有工业应用前景的方法。

该方法的基本原理是：向水玻璃溶液中加入乙酸乙酯，乙酸乙酯在碱性条件下发生如下水解反应：



使体系的碱度降低并诱发硅酸盐的聚合反应。乙酸乙酯在水溶液中的溶解并发生水解反应，使反应体系碱度的降低能够在均相体系中很均匀地实现，避免了直接加入酸而造成局部酸度过高，碱度降低过快的缺陷。因此这种潜伏的使硅酸盐聚合的酸试剂比直接加入酸能提供更理想的反应条件。

在一定条件下，随着乙酸乙酯水解反应和硅酸盐聚合反应的进行，水玻璃溶液中以胶体粒子形式存在的高聚态硅酸根离子不断长大，当其粒径达到一定尺寸时，整个反应体系就转变为具有一定乳光亮度的硅溶胶。成溶胶后，随着乙酸乙酯水解反应引起的体系 pH 值的进一步降低，吸附 OH⁻ 而带负电荷的 SiO₂ 胶粒的电动电位也相应降低。当胶粒电动电位降低到一定程度时，SiO₂ 胶体颗粒便通过表面吸附的水合 Na⁺ 的桥联作用而凝聚形成凝胶。最后经干燥、预烧、烧结制得多孔 SiO₂。

【仪器与试剂】

TG-DTA 材料热分析仪，透射电镜，X 射线衍射仪，ASAP-2000 型物理吸附仪，岛津 IR-435 型红外光谱仪，恒温反应器，蒸馏装置。

水玻璃溶液（模数 3.34），乙酸乙酯，盐酸，AgNO₃ 溶液，正丁醇。

【实验操作】

1. 二氧化硅粉体的制备

在 (30±1)℃ 的恒温反应器中，将经冲稀过滤后的水玻璃溶液（模数 3.34）与乙酸乙酯按乙酸乙酯/SiO₂ 摩尔比 0.65 的比例搅拌混合。随着乙酸乙酯水解反应的进行，溶液中有 H⁺ 均相释放，硅酸盐发生聚合反应，生成溶胶并经聚集转化为凝胶。成凝胶后继续搅拌一定时间，用盐酸调至 pH=4，过滤，并用去离子水洗涤凝胶直至滤液中用 AgNO₃ 溶液检测不出 Cl⁻。洗涤后的凝胶与一定量的正丁醇搅拌混合进行恒沸蒸馏，使凝胶体内的水分子以恒沸的形式（恒沸温度为 93℃）被带出而脱除。除去水后的凝胶于 120℃ 下干燥处理 2h，即得疏松的二氧化硅超细粉体。

2. 性能测试

二氧化硅超细粉体的热学行为用 TG-DTA 分析表征；颗粒尺寸和形貌由 TEM 观察；